

**Metode uji standar untuk analisa kadar barium,  
kalsium, magnesium dan seng pada minyak lumas  
baru dengan Spektrometer Serapan Atom**

*Standard Test Method for Analysis of Barium, Calcium, Magnesium,  
and Zinc in Unused Lubricating Oils by Atomic Absorption  
Spectrometry*

(ASTM D4628–05(2011)<sup>ε1</sup>, IDT)





© ASTM 2011 – All rights reserved

© BSN 2016 untuk kepentingan adopsi standar © ASTM menjadi SNI – Semua hak dilindungi

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis BSN

BSN  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



*"This Standard is identical to **ASTM D 4628–05(2011)**<sup>ε1</sup>, **Standard Test Method for Analysis of Barium, Calcium, Magnesium, and Zinc in Unused Lubricating Oils by Atomic Absorption Spectrometry**, Copyright ASTM International, 100 Barr Harbour Drive, West Conshohocken PA 19428 USA.*

*Reprinted by permission of ASTM International."*

*ASTM International has authorized the distribution of this translation of **SNI 8255:2016**, but recognizes that the translation has gone through a limited review process. ASTM neither represents nor warrants that the translation is technically or linguistically accurate. Only the English edition as published and copyrighted by ASTM shall be considered the official version. Reproduction of this translation, without ASTM's written permission is strictly forbidden under U.S. and international copyright laws.*



## Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata.....	ii
1 Ruang lingkup .....	1
2 Acuan normatif.....	2
3 Ringkasan metode uji .....	2
4 Arti dan kegunaan.....	2
5 Peralatan.....	3
6 Pereaksi .....	3
7 Pengambilan sampel .....	6
8 Persiapan peralatan.....	6
9 Kalibrasi (barium).....	7
10 Prosedur (barium).....	8
11 Kalkulasi (barium) .....	9
13 Penentuan magnesium .....	9
14 Penentuan seng.....	10
15 Pelaporan.....	10
16 Quality control .....	10
17 Presisi dan bias <sup>4</sup> .....	12
18 Kata kunci .....	13
Lampiran (informatif) X1. Pemantauan <i>quality control</i> .....	14
Lampiran (informatif) X2. Beberapa kiat untuk melakukan pengujian dengan metode D 4628 . .....	16



## Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 8255:2016, *Metode uji standar untuk analisa kadar barium, kalsium, magnesium dan seng pada minyak lumas baru dengan Spektrometer Serapan Atom* merupakan SNI baru. SNI ini merupakan adopsi identik dari ASTM D4628 – 05(2011)<sup>e1</sup>, *Standard Test Method for Analysis of Barium, Calcium, Magnesium, and Zinc in Unused Lubricating Oils by Atomic Absorption Spectrometry*, dengan metode terjemahan.

SNI ini disusun untuk memudahkan pengguna dalam memahami metode uji sehingga dapat menerapkannya dengan baik dan benar.

Untuk tujuan ini telah dilakukan perubahan editorial yaitu tanda titik telah diganti dengan tanda koma dan sebaliknya untuk penulisan bilangan.

SNI ini disusun sesuai dengan ketentuan yang diberikan dalam:

- a) Pedoman Standardisasi Nasional PSN 03.1:2007, Adopsi Standar Internasional dan Publikasi Internasional lainnya, Bagian 1: Adopsi Standar Internasional menjadi SNI (ISO/IEC Guide 21-1:2005, *Regional or national adoption of International Standards and other International Deliverables – Part 1: Adoption of International Standards, MOD*),
- b) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 08:2007, Penulisan SNI,
- c) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 10:2012, Adopsi Standar American Society for Testing and Material menjadi Standar Nasional Indonesia.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 75-02 Produk Minyak Bumi, Gas Bumi dan Pelumas dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup Komite Teknis di Jakarta pada tanggal 22-23 November 2012 yang dihadiri oleh wakil dari produsen, konsumen, tenaga ahli, asosiasi dan peneliti serta instansi teknis terkait lainnya.

Apabila pengguna menemukan keraguan dalam standar ini maka disarankan untuk melihat standar aslinya yaitu ASTM D4628 – 05(2011)<sup>e1</sup> dan/atau dokumen terkait lain yang menyertainya.







## Metode uji standar untuk analisa kadar barium, kalsium, magnesium dan seng pada minyak lumas baru dengan Spektrometer Serapan Atom<sup>1</sup>

## Standard test method for analysis of Barium, Calcium, Magnesium, and Zinc in unused lubricating oils by Atomic Absorption Spectrometry<sup>1</sup>

### 1 Ruang lingkup\*

1.1 Metode uji ini dapat diterapkan untuk menentukan persen massa barium dari 0,005% sampai 1,0%, kalsium dan magnesium dari 0,002% sampai 0,3%, dan seng dari 0,002% sampai 0,2% di dalam minyak lumas.

1.2 Konsentrasi yang lebih tinggi dapat ditentukan dengan pelarutan yang sesuai. Konsentrasi logam yang lebih rendah seperti barium, kalsium, magnesium, dan seng sekitar 10 ppm dapat juga ditentukan menggunakan metode ini. Penggunaan metode ini untuk menentukan konsentrasi yang lebih rendah harus melalui kesepakatan antara pembeli dan penjual.

1.3 Minyak lumas yang mengandung *viscosity index improver* mungkin akan memberikan hasil lebih rendah jika kalibrasi dilakukan menggunakan standar yang tidak mengandung *viscosity index improver*.

1.4 Nilai-nilai dinyatakan dalam satuan SI dijadikan sebagai standar. Tidak ada satuan lainnya yang digunakan dalam standar ini.

1.5 *Standar ini tidak mencakup semua hal mengenai keselamatan, jika ada, yang berhubungan dengan penggunaannya. Menjadi tanggung jawab pengguna standar ini untuk mengadakan latihan keselamatan dan kesehatan kerja yang tepat dan memastikan penerapan batas-batas peraturan sebelum menggunakan standar ini. Pernyataan peringatan khusus diberikan pada Subpasal 3.1, 6.3, dan 8.1.*

<sup>1</sup>Metode uji ini di bawah yurisdiksi dari ASTM Committee D02 on *Petroleum Products and Lubricants* dan langsung pertanggungjawaban dari *Subcommittee D02.03 on Elemental Analysis*. Penerbitan terakhir disetujui 1 Mei 2011, Dipublikasikan Agustus 2011. Aslinya disetujui pada 1986. Terbitan akhir sebelumnya disetujui pada 2005 sebagai D4628-05. DOI: 10.1520/D4628-05R11E01.

\* Ringkasan Perubahan diberikan pada akhir standar ini.

### 1 Scope\*

1.1 This test method is applicable for the determination of mass percent barium from 0,005 to 1,0 %, calcium and magnesium from 0,002 to 0,3 %, and zinc from 0,002 to 0,2 % in lubricating oils.

1.2 Higher concentrations can be determined by appropriate dilution. Lower concentrations of metals such as barium, calcium, magnesium, and zinc at about 10 ppm level can also be determined by this test method. Use of this test method for the determination at these lower concentrations should be by agreement between the buyer and the seller.

1.3 Lubricating oils that contain viscosity index improvers may give low results when calibrations are performed using standards that do not contain viscosity index improvers.

1.4 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. No other units of measurement are included in this standard.

1.5 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use. Specific warning statements are given in 3.1, 6.3, and 8.1.*

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D02 on *Petroleum Products and Lubricants* and is the direct responsibility of Subcommittee D02.03 on *Elemental Analysis*. Current edition approved May 1, 2011.. Published August 2011. Originally approved in 1986. Last previous edition approved in 2005 as D4628-05. DOI: 10.1520/D4628-05R11E01.

\* A Summary of Changes section appears at the end of this standard.





## 2 Acuan normatif

### 2.1 Standar ASTM:<sup>2</sup>

D,6299, *Practice for Applying Statistical Quality Assurance Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance*

## 3 Ringkasan metode uji

3.1 Sampel ditimbang dan ditambah base oil sampai massa total ( $0,25 \pm 0,01$ ) g. Ditambahkan 50 mL kerosin yang mengandung kalium sebagai penahan ionisasi, kemudian sampel serta minyak dilarutkan. **(Peringatan — Berbahaya.** Berpotensi racun dan dapat meledak). Standar dipersiapkan dengan cara yang sama, selalu tambahkan minyak apabila diperlukan, untuk mencapai massa total 0,25 g. Larutan tersebut dibakar dengan nyala api dari spektrofotometer serapan atom. Digunakan api dari acetilen/nitrosoksida **(Peringatan — Mudah terbakar.** Uap berbahaya).

## 4 Arti dan kegunaan

4.1 Beberapa jenis minyak diformulasikan dengan aditif yang mengandung logam seperti deterjen, antioksidan, dan antiwear. Beberapa aditif mengandung satu atau lebih logam berikut: barium, kalsium, seng, dan magnesium. Metode pengujian ini merupakan cara untuk menentukan konsentrasi dari logam-logam tersebut yang mengindikasikan kandungan aditif di dalam minyak.

<sup>2</sup> Untuk acuan standar ASTM, kunjungi website ASTM, [www.astm.org](http://www.astm.org) atau hubungi ASTM Customer Service di [service@astm.org](mailto:service@astm.org). Untuk informasi volume buku tahunan standar ASTM, mengacu ke rangkuman halaman dokumen standar di website ASTM.

## 2 Referenced documents

### 2.1 ASTM Standards:<sup>2</sup>

D6299, *Practice for Applying Statistical Quality Assurance Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance*

## 3 Summary of test method

3.1 A sample is weighed and base oil is added to ( $0,25 \pm 0,01$ )-g total mass. Fifty millilitres of a kerosine solution, containing potassium as an ionization suppressant, are added, and the sample and oil are dissolved. **(Warning — Hazardous.** Potentially toxic and explosive.) Standards are similarly prepared, always adding oil if necessary to yield a total mass of 0,25 g. These solutions are burned in the flame of an atomic absorption spectrophotometer. An acetylene/nitrous oxide flame is used. **(Warning — Combustible.** Vapor harmful).

## 4 Significance and use

4.1 Some oils are formulated with metal-containing additives that act as detergents, antioxidants, antiwear agents, etc. Some of these additives contain one or more of these metals: barium, calcium, zinc, and magnesium. This test method provides a means of determining the concentration of these metals that gives an indication of the additive content in these oils.

<sup>2</sup> For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, [www.astm.org](http://www.astm.org), or contact ASTM Customer Service at [service@astm.org](mailto:service@astm.org). For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.



## 5 Peralatan

5.1 Spektrofotometer Serapan Atom.

5.2 Timbangan analitik.

5.3 Pipet pengukur otomatis atau pipet volumetrik Kelas A, berkapasitas 50 mL.

5.4 Botol dengan tutup ulir, 60 mL.

**CATATAN 1** Dapat diganti dengan labu volumetrik atau botol plastik yang sesuai

5.5 Pengocok, pengaduk mekanik, atau penangas ultrasonik, mampu menampung botol berukuran 60 mL.

## 6 Pereaksi

6.1 Base oil, bebas-logam, dengan viskositas sekitar 4 cSt pada 100 °C. Minyak netral 100 dengan kemampuan melarutkan yang baik untuk standar dan konsentrasi aditif yang memadai. Minyak dengan kandungan parafin tinggi harus dihindari

6.2. 2-Ethyl hexanoic acid, yang telah dipastikan bebas logam pengganggu.

6.3 Kerosin, bebas logam — Lihat Catatan 2 – 4 (**Peringatan** — Mudah terbakar. Uap berbahaya). Rentang distilasi antara 170 °C sampai 280 °C pada 100 kPa (1 atm). Jika pelarut kerosin terkontaminasi, dapat dimurnikan hingga bebas logam dengan mengalirkannya melalui *attapulgus clay*.

**CATATAN 2** Pelarut selain kerosin, seperti xylene, MEK dan seterusnya, dapat digunakan pada metode uji ini, namun keakuratan data dikutip pada Pasal 16 yang diperoleh menggunakan kerosin.

**CATATAN 3** Kerosin bebas logam dapat diperoleh dari sebagian besar tempat pemasok bahan laboratorium, namun harus diuji kandungan logamnya sebelum digunakan.

## 5 Apparatus

5.1 Atomic Absorption Spectrophotometer.

5.2 Analytical balance.

5.3 Automatic measuring pipet or volumetric class a pipet, 50-mL capacity.

5.4 Bottles with screw caps, 60 mL.

**NOTE 1** Suitable volumetric flasks or plastic bottles may be substituted.

5.5 Shaker, mechanical stirrer, or ultrasonic bath, capable of handling 60-mL bottles.

## 6 Reagents

6.1 *Base Oil*, metal-free, with a viscosity of about 4 cSt at 100 °C. A 100 neutral oil which provides good solvency for standards and additive concentrate is satisfactory. Highly paraffinic oils should be avoided.

6.2 2-Ethyl hexanoic acid, which has been determined to be free of interfering metals.

6.3 Kerosine, metal-free—See Notes 2-4. (**Warning**— Combustible. Vapor harmful.) Distillation range from 170 °C to 280 °C at 100 kPa (1 atm). When the kerosine solvent is contaminated, it may be purified metal-free by running through attapulgus clay.

**NOTE 2** Solvents other than kerosine, such as xylene, MEK and so forth, may be used in this test method, however, the precision data quoted in Section 16 was obtained using kerosine.

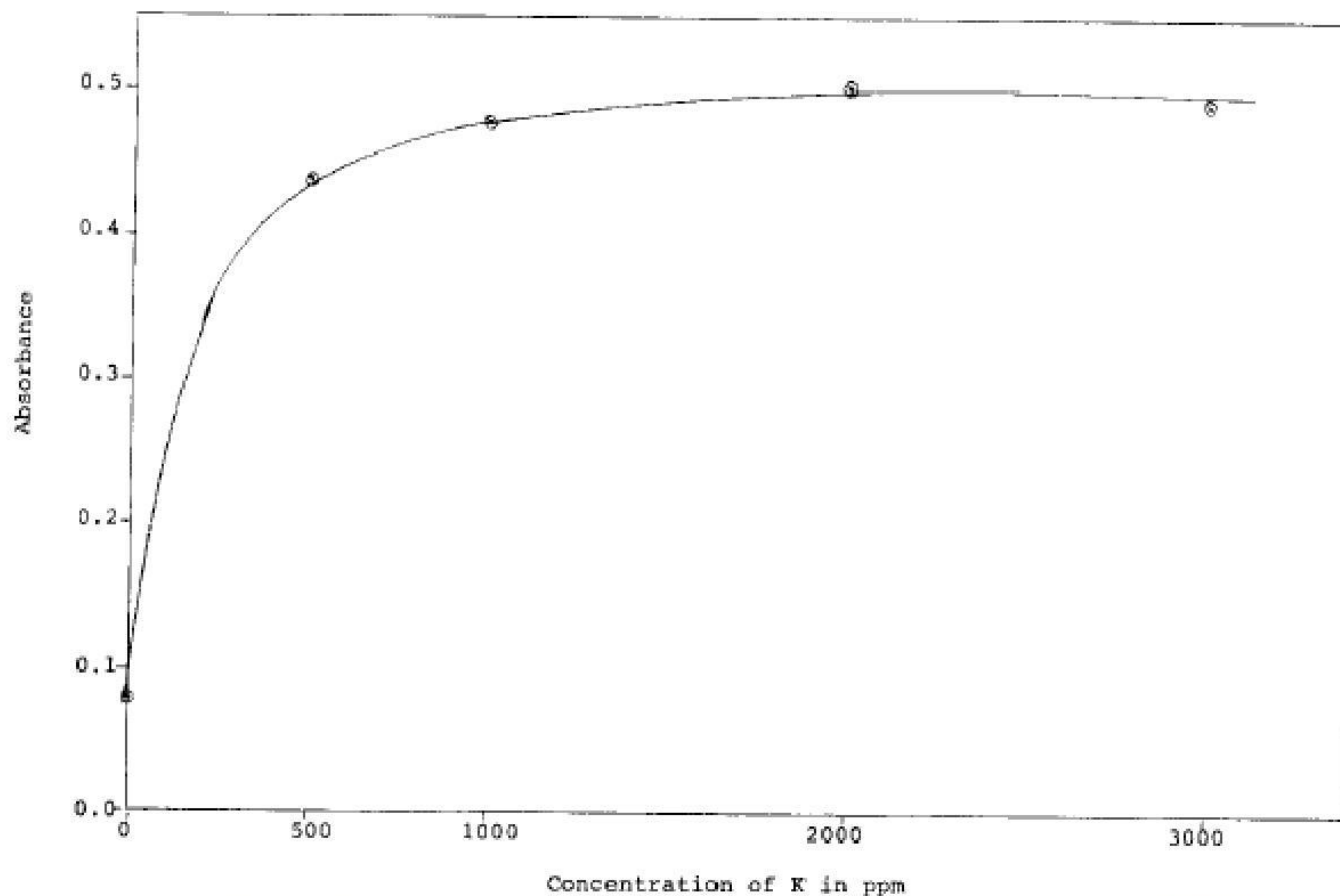
**NOTE 3** Metal-free kerosine can be obtained from most laboratory supply houses, but should be tested for metal content before using.





Barium

K Ionization Suppressant in Kerosine Solvent



**Gambar 1 – Plot grafik untuk Barium dan Kalsium**  
**FIG. 1 - Plot graphs for Barium and Calcium**

**CATATAN 4** Hasil yang memuaskan telah diperoleh dengan metode pengujian ini, menggunakan “kerosin” Baker (dihilangan baunya) yang masing-masing mempunyai titik didih awal dan akhir 191 °C dan 240 °C, dengan komposisi tipikal 96,7% hidrokarbon jenuh, 0,1% olefin, dan maksimum 3,2% aromatik. Jika minyak tanah yang digunakan oleh operator berbeda dari komposisi tersebut, kemungkinan terjadi kesalahan yang signifikan.

**NOTE 4** Satisfactory results have been obtained in this test method by using Baker “kerosine” (deodorized) which has typical initial and end boiling points of 191 °C and 240 °C, respectively, and a typical composition of 96,7 volume % saturates, 0,1 volume % olefins, and a maximum of 3,2 volume % aromatics. If the kerosine used by an operator deviates appreciably from this composition, there may be significant error.

6.4 Senyawa logam yang larut di dalam minyak,<sup>3</sup> sediaan standar yang dicampur dalam *base oil*. Sekitar  $(0,25 \pm 0,01)$  g campuran standar tersebut dilarutkan dalam 50 mL larutan penahan ionisasi kalium (lihat Subpasal 6.5) harus menghasilkan pembacaan  $(0,5 \pm 0,1)$  unit absorbansi untuk setiap unsur barium, kalsium, magnesium, dan seng dengan menggunakan perluasan skala minimum atau rotasi pembakar. Konsentrasi logam harus dicampur dengan akurat sampai tiga angka signifikan. Konsentrasi aktual harus dipilih yang sesuai dengan rentang kerja optimal dari alat yang digunakan, namun

6.4 Oil-soluble metal compounds,<sup>3</sup> stock standard blend in base oil. A  $(0,25 \pm 0,01)$ -g portion of this stock standard blend diluted with 50 mL of the potassium ionization suppressant solution (see 6.5) shall yield a reading of  $(0,5 \pm 0,1)$  absorbance units for each of the elements barium, calcium, magnesium, and zinc using a minimum of scale expansion or burner rotation. The concentrations of the metal should be blended accurately to three significant figures. The actual concentrations should be chosen to conform to the optimum working range of the particular instrument being used, but as a guide one cooperator used



sebagai pedoman bisa menggunakan 0,4% barium, 0,03% kalsium, 0,03 magnesium, dan 0,06% seng. Campuran standar tersebut harus dipanaskan dan diaduk untuk memastikan homogenitas larutan.

**CATATAN 5** Selain standar kalibrasi yang dijelaskan pada subpasal 6.4, standar kalibrasi unsur tunggal atau unsur jamak juga dapat disiapkan dari bahan yang serupa dengan percontoh yang sedang dianalisis, apabila standar kalibrasi yang digunakan sebelumnya sudah diperiksa dengan beberapa teknik analitik yang independen, primer (misalnya gravimetri dan volumetri), untuk menentukan tingkat konsentrasi elemen.

6.5 Larutan penahan ionisasi kalium — mengandung senyawa kalium yang larut di dalam kerosin sebanyak  $(2,0 \pm 0,1)$  g kalium/liter larutan.

**CATATAN 6** Konsentrasi kalium aktual yang dibutuhkan tergantung pada sumber kalium dan kondisi peralatan. Untuk menentukan konsentrasi yang dibutuhkan, atomisasikan larutan yang mengandung 0,500, 1 000, 1 500, 2 000, 2 500, dan 3 000 ppm kalium masing-masing dengan 25 ppm barium dan 5 ppm kalsium. Buat grafik absorbansi barium dan kalsium terhadap konsentrasi kalium seperti ditunjukkan pada Gambar 1. Konsentrasi kalium minimum yang dibutuhkan adalah di atas belokan kurva, baik untuk barium maupun kalsium.

6.6 Standar kerja — siapkan dengan menimbang menggunakan enam buah botol berukuran 60 mL, campuran standar yang selalu baru (lihat Subpasal 6.4) sebanyak (1) 0,25, (2) 0,20, (3) 0,15, (4) 0,10, (5) 0,05, dan (6) 0 g sampai tiga angka signifikan, kemudian tambahkan base oil masing-masing sebanyak 0,0, 0,05, 0,10, 0,15, 0,20, dan  $0,25 \pm 0,01$  g. Tambahkan 50 mL larutan penahan ionisasi kalium (lihat subpasal 6.5) ke dalam setiap botol dan kocok atau aduk hingga larut.

<sup>3</sup> Senyawa logam yang larut di dalam minyak yang cukup baik untuk metode uji ini dapat diperoleh dari *National Institute of Standards and Technology, Office of Standard Reference Materials*, Washington, DC 20234.

0,4 % barium, 0,03 % calcium, 0,03 % magnesium, and 0,06 % zinc. The stock standard blend should be heated and stirred to ensure a homogeneous solution.

**NOTE 5** In addition to the calibration standards identified in 6.4, single-element or multielement calibration standards may also be prepared from materials similar to the samples being analyzed, provided the calibration standards to be used have previously been characterized by independent, primary (for example, gravimetric or volumetric), and analytical techniques to establish the elemental concentration mass percent levels.

6.5 Potassium ionization suppressant solution—containing an oil-soluble potassium compound in kerosine at  $(2,0 \pm 0,1)$  g potassium/litre of solution.

**NOTE 6** The actual potassium concentration needed varies with the source of potassium and perhaps the instrumental conditions as well. To determine the needed concentration, atomize solutions containing 0,500, 1 000, 1 500, 2 000, 2 500, and 3 000 ppm potassium with 25 ppm barium and 5 ppm calcium in each. Plot graphs of barium and calcium absorbance versus potassium concentration as shown in Fig. 1. The minimum concentration of potassium needed is that above the knee for both the barium and calcium curves.

6.6 Working standards—Freshly prepared by weighing into six 60-mL bottles (1) 0,25, (2) 0,20, (3) 0,15, (4) 0,10, (5) 0,05, and (6) 0 g of stock standard blend (see 6.4) to three significant figures and add 0,0, 0,05, 0,10, 0,15, 0,20, and  $0,25 \pm 0,01$  g of base oil, respectively. Add 50 mL of potassium ionization suppressant solution (see 6.5) to each bottle and shake or stir to dissolve.

<sup>3</sup> Oil soluble metal compounds found satisfactory for this test method are available from *National Institute of Standards and Technology, Office of Standard Reference Materials*, Washington, DC 20234.



**CATATAN 7** Banyak peralatan AAS modern dapat menyimpan sebanyak 3 sampai 4 standar kalibrasi di dalam memorinya. Dalam hal demikian, ikuti petunjuk pabrikan, untuk memastikan bahwa absorbansi percontoh yang tidak diketahui masih dalam bagian linier dari rentang kalibrasi yang digunakan.

**NOTE 7** Many modern AAS instruments can store up to 3 or 4 calibration standards in memory. In such cases, follow the manufacturer's instructions, ensuring that the unknown sample's absorbance is in the linear part of the calibration range used.

6.7 Sampel Kendali Mutu/Quality Control (QC), merupakan bagian dari satu atau lebih bahan *petroleum* cair yang stabil dan mewakili sampel lainnya. Sampel kendali mutu ini dapat digunakan untuk memastikan validitas proses uji seperti yang dijelaskan pada Pasal 16.

6.7 Quality Control (QC) Samples, preferably are portions of one or more liquid petroleum materials that are stable and representative of the samples of interest. These QC samples can be used to check the validity of the testing process as described in Section 16.

## 7 Pengambilan sampel

## 7 Sampling

7.1 Kocok sampel dengan merata sebelum pengambilan, untuk memastikan diperolehnya sampel yang mewakili.

7.1 Shake the sample thoroughly before sampling to ensure obtaining a representative sample.

## 8 Persiapan peralatan

## 8 Preparation of apparatus

8.1 Ikuti petunjuk pabrikan untuk mengoperasikan spektrophotometer serapan atom. Metode uji ini mengandaikan bahwa prosedur pengoperasian telah diikuti dengan baik. Adanya perbedaan rancangan beberapa spektrophotometer menjadikan uraian manipulasi terinci yang diperlukan tidak praktis untuk dijelaskan disini (**Peringatan** — prosedur pengoperasian yang benar dibutuhkan demi keselamatan dan juga untuk mendapatkan hasil yang handal. Ledakan dapat terjadi dari kobaran api kecuali digunakan kepala pembakar yang benar maupun urutan kerja yang benar)

8.1 Consult the manufacturer's instructions for the operation of the atomic absorption spectrophotometer. The present test method assumes that good operating procedures are followed. Design differences between spectrophotometers make it impractical to specify the required manipulations in detail here. (**Warning**— Proper operating procedures are required for safety as well as for reliability of results. An explosion can result from flame blow-back unless the correct burner head and operating sequence are used.)

8.2 Untuk penentuan barium, siapkan lampu katoda barium dan atur monokromator pada 553,6 nm. Atur panjang gelombang untuk memberikan hasil yang maksimum. Dengan menggunakan kepala pembakar yang benar untuk asetilen/nitrosoksida, siapkan api dari asetilen/nitrosoksida. Apabila memungkinkan, atur kontrol gain maksimal pada skala penuh, ketika aspirasi standar (6) pada Subpasal 6.6.

8.2 For the barium determination, fit the barium hollow cathode lamp and set the monochromator at 553,6 nm. Make fine adjustments to the wavelength setting to give maximum output. Using the correct burner head for acetylene/nitrous oxide, set up the acetylene/nitrous oxide flame. On instruments where applicable, adjust the gain control to set this maximum at full scale, when aspirating standard (6) in 6.6.



8.3 Aspirasikan sekitar 2,5 sampai 3 mL/menit larutan barium standar ke dalam api. Atur ketinggian dan sudut pembakar dan laju alir asetilen untuk menghasilkan absorbansi maksimum. Pastikan bahwa standar (6) pada Subpasal 6.6 masih memberikan absorbansi nol dengan melakukan pengaturan, jika perlu.

8.3 Aspirate at about 2,5 to 3 mL/min a standard barium solution into the flame. Make adjustments to the height and angle of the burner and to the acetylene flow rate to give maximum absorption. Make sure that standard (6) in 6.6 still gives zero absorbance by making adjustments, if necessary.

## 9 Kalibrasi (barium)

## 9 Calibration (barium)

9.1 Aspirasikan standar (1) pada Subpasal 6.6. Dengan ekspansi skala minimum atau rotasi pembakar, dapatkan bacaan  $0,5 \pm 0,1$  pada alat ukur absorbansi atau pada peralatan baca alternatif.

9.1 Aspirate standard (1) in 6.6. With a minimum of scale expansion or burner rotation, obtain a reading of  $0,5 \pm 0,1$  on the absorbance meter or alternative read-out device.

9.2 Aspirasikan semua standar pada Subpasal 6.6 berurutan ke dalam nyala api dan catat hasilnya (atau perhatikan penyimpangan jarum alat ukur). Aspirasikan pelarut setelah masing-masing standar dikerjakan.

9.2 Aspirate the standards of 6.6 sequentially into the flame and record the output (or note the meter deflections). Aspirate the solvent alone after each standard.

9.3 Tentukan absorbansi netto dari setiap standar. Jika hasil absorbansi dari spektrophotometer adalah linier,, absorbansi netto diperoleh sebagai selisih antara absorbansi larutan standar atau percontoh dengan absorbansi pelarut itu sendiri. Jika hasil spektrophotometer adalah proporsional terhadap transmisi (yaitu, terhadap intensitas cahaya) maka absorbansi netto dinyatakan dengan  $\log_{10} d_0/d_1$ , dimana penyimpangan jarum ketika pelarut diaspirasi adalah  $d_0$  dan  $d_1$  adalah ketika larutan standar atau percontoh diaspirasikan.

9.3 Determine the net absorbance of each standard. If the spectrophotometer output is linear in absorbance, the net absorbance is given by the difference between the absorbance for the standard or sample solution and the absorbance for the solvent alone. If the spectrophotometer output is proportional to transmission (that is, to light intensity) then the net absorbance is given by  $\log_{10} d_0/d_1$ , where the deflections are  $d_0$  when solvent alone is aspirated and  $d_1$  when the standard or sample solution is aspirated.

9.4 Plot hasil absorbansi netto terhadap konsentrasi barium (mg/50 mL larutan penahan) dalam standar untuk mendapatkan kurva kalibrasi.

9.4 Plot the net absorbance against the concentration (mg/50 mL suppressant solution) of barium in the standards to give a calibration curve.

**CATATAN 8** Kurva kalibrasi dapat dihitung secara otomatis menggunakan program komputer dan ditampilkan di terminal komputer, sehingga plotting secara aktual tidak diperlukan.

**NOTE 8** The calibration curve may be automatically calculated by the instrument software and displayed by way of the instrument computer terminal, making actual plotting unnecessary.

9.5 Kalibrasi harus dilakukan sebelum analisis setiap kelompok sampel dan setelah terjadi perubahan kondisi peralatan, karena adanya variasi perilaku peralatan.

9.5 Calibration must be carried out prior to each group of samples to be analyzed and after any change in instrumental conditions, as variation occurs in the instrument



Pembacaan juga dapat berubah dalam waktu singkat karena terjadinya deposit pada slot pembakar atau pada *nebulizer*. Jadi standar tunggal harus diaspirasikan dari waktu ke waktu selama pengerjaan satu seri sampel untuk mengetahui apakah kalibrasi telah berubah (dianjurkan pengecekan setiap lima sampel). Tampilan visual dari nyala api juga merupakan petunjuk untuk mengetahui adanya perubahan kondisi peralatan.

9.6 Tentukan kemiringan dan perpotongan kurva barium berdasarkan kurva kalibrasi yang dibuat. Nilainya akan digunakan untuk menentukan konsentrasi barium dari sampel yang akan diuji. Pastikan bahwa koefisien regresi untuk barium paling sedikit 0,99, jika tidak, laboratorium harus mengkalibrasi ulang barium, apabila kriteria ini tidak terpenuhi.

## 10 Prosedur (barium)

10.1 Timbang sampel hingga tiga angka penting ke dalam botol 60-mL. Berat sampel ditetapkan untuk memberikan bacaan absorbansi antara 0,2 sampai 0,5. Tambahkan base oil hingga massa total menjadi  $(0,25 \pm 0,01)$  g. Tambahkan 50 mL larutan penahan kalium, lihat Subpasal 6.5, dan larutkan. Maksimum sampel yang digunakan adalah 0,25 g, dan minimum percontoh adalah 0,05 g.

10.1.1 Untuk sampel berkabut tambahkan  $(0,25 \pm 0,01)$  mL asam 2-ethyl hexana dan kocok. Jika pengocokan menghilangkan kabutnya, lakukan analisa, dan kesalahan pelarutan dikoreksi dengan mengalikan hasil yang diperoleh dengan 1,005. Jika sampel tetap berkabut, maka sampel tidak cocok untuk dianalisis dengan metode uji ini.

10.2 Sampel yang menghasilkan absorbansi lebih besar dari 0,5 meski menggunakan ukuran sampel minimum, dapat dilarutkan dengan akurat menggunakan base oil baru pada konsentrasi yang sesuai. Pastikan bahwa larutan baru ini homogen sebelum diproses seperti petunjuk pada Subpasal 10.1.

behavior. Readings may also vary over short times from such causes as buildup of deposits on the burner slot or in the nebulizer. Thus, a single standard should be aspirated from time to time during a series of samples to check whether the calibration has changed (a check after every fifth sample is recommended). The visual appearance of the flame also serves as a useful check to detect changes of condition.

9.6 Determine the slope and intercept for barium based on the calibration curve developed. The values will be used to determine barium concentrations of samples to be tested. Ensure that the regression coefficient is at least 0,99 for barium, otherwise the laboratory needs to re-calibrate for barium when this criteria is not satisfied.

## 10 Procedure (barium)

10.1 Weigh the sample to three significant figures into a 60-mL bottle. The sample mass is chosen to give an absorbance reading of 0,2 to 0,5. Add base oil to make  $(0,25 \pm 0,01)$  g total mass. Add 50 mL of potassium suppressant solution, see 6.5, and dissolve. The maximum sample size to be used is 0,25 g, and the minimum is 0,05 g.

10.1.1 To hazy samples add  $(0,25 \pm 0,01)$  mL of 2-ethyl hexanoic acid and shake. If this clears up the haze, the analysis is run, and the dilution error is corrected by multiplying the found results by 1,005. If the sample remains hazy, the sample is not suitable to be analyzed by this test method.

10.2 Samples yielding absorbances greater than 0,5 even with the minimum sample size can be accurately diluted with new base oil to a suitable concentration. Make sure the new solution is homogeneous before proceeding as instructed in 10.1.



10.3 Aspirasikan larutan sampel dan tentukan absorbansinya, aspirasikan pelarut itu sendiri sebelum dan setelah pembacaan.

10.3 Aspirate the sample solution and determine the absorbance, aspirating solvent alone before and after each reading.

## 11 Kalkulasi (barium)

## 11 Calculation (barium)

11.1 Baca dari kurva kalibrasi, konsentrasi, C, sesuai dengan absorbansi yang diukur.

11.1 Read from the calibration curve the concentration, C, corresponding to the measured absorbance.

C = konsentrasi barium di dalam larutan percontoh yang diencerkan, mg/50 mL larutan penahan

C = concentration of barium in the diluted sample solution, mg/50 mL of suppressant solution.

11.2 Hitung kandungan barium dari minyak dalam persen massa sebagai berikut:

11.2 Calculate the barium content of the oils in percent mass as follows:

$$\text{Barium, \% mass} = \frac{CD}{10W} \quad (1)$$

$$\text{Barium, \% mass} = \frac{CD}{10W} \quad (1)$$

### keterangan:

W = gram percontoh/50 mL,  
C = milligram logam/50 mL, dan  
D = faktor pengenceran jika pengenceran diperlukan pada Subpasal 10.2.

### where:

W = grams of sample/50 mL,  
C = milligrams of metal/50 mL, and  
D = dilution factor if dilution was necessary in 10.2.

**CATATAN 9** Jika kurva kalibrasinya linier, konsentrasinya dapat ditentukan dengan sebuah persamaan sebagai pengganti kurva kalibrasi

**NOTE 9** If the calibration curve is linear, the concentration may be determined by an equation instead of a calibration curve.

## 12 Penentuan kalsium

## 12 Calcium determination

12.1 Ulangi Pasal 7 hingga 10 dengan mengganti acuan yang dibuat untuk barium dengan kalsium, dengan kondisi berikut ini:

12.1 Repeat Sections 7 through 10 replacing references made to barium with calcium using the following conditions:

12.1.1 Nyala api asetilen/nitrosoksida,

12.1.1 Acetylene/nitrous oxide flame,

12.1.2 Lampu katoda kalsium, dan

12.1.2 Calcium hollow cathode lamp, and

12.1.3 Garis analitik 422,7 nm.

12.1.3 Analytical line 422,7 nm.

## 13 Penentuan magnesium

## 13 Magnesium determination

13.1 Ulangi Pasal 7 hingga 10 dengan menggantikan acuan yang dibuat untuk barium dengan magnesium, dengan kondisi berikut ini:

13.1 Repeat Sections 7 through 10 replacing references made to barium with magnesium using the following conditions:

13.1.1 Nyala api asetilen/nitrosoksida,

13.1.1 Acetylene/nitrous oxide flame,

13.1.2 Lampu katoda magnesium, dan

13.1.2 Magnesium hollow cathode lamp,



and

13.1.3 Garis analitik 285,2 nm.

13.1.3 Analytical line 285,2 nm.

**14 Penentuan seng**

14.1 Ulangi Pasal 7 hingga 10 dengan mengganti acuan yang dibuat untuk barium dengan seng, dengan kondisi berikut ini:

14.1.1 Nyala api asetilen/nitrosoksida,

14.1.2 Lampu katoda seng, dan

14.1.3 Garis analitik 213,9 nm.

**CATATAN 10** Meskipun metode pengujian ini telah menguraikan penentuan empat unsur dalam sampel tunggal, urutan pengoperasian dalam menganalisis beberapa sampel juga harus dipertimbangkan. Aspirasi sampel untuk menentukan absorbansinya sangat cepat. Mengubah *setting* panjang gelombang dan lampu memerlukan waktu lebih lama. Jadi akan sangat ekonomis untuk melakukan pengukuran pada panjang gelombang tunggal pada satu seri percontoh dan standar sebelum mengubah kondisinya.

**15 Pelaporan**

15.1 Laporkan konsentrasi yang lebih besar dari 0,1% hingga tiga angka penting.

15.2 Konsentrasi barium antara 0,005–0,1 % dan seng, kalsium, dan magnesium antara 0,002–0,1 % dilaporkan hingga dua angka penting.

15.3 Konsentrasi yang kurang dari limit terendah pada Subpasal 15.2 harus dilaporkan kurang dari limit terendah yang ditentukan.

**16 Quality control**

16.1 Pastikan kinerja peralatan atau prosedur pengujian dengan menganalisis sampel kendali mutu (QC) (lihat Subpasal 6.7).

16.1.1 Jika aturan kendali mutu / jaminan mutu sudah ditetapkan pada fasilitas uji,

**14 Zinc determination**

14.1 Repeat Sections 7 through 10 replacing references made to barium with zinc using the following conditions:

14.1.1 Acetylene/nitrous oxide flame,

14.1.2 Zinc hollow cathode lamp, and

14.1.3 Analytical line 213,9 nm.

**NOTE 10** Although this test method has been described for the determination of four elements on a single sample, the sequence of operations in analyzing several samples should also be considered. Aspiration of a sample to determine its absorbance is very quick. Changing wavelength setting and lamps takes longer. Thus, it is most economical to make measurements at a single wavelength on a series of samples and standards before changing conditions.

**15 Report**

15.1 Report concentrations greater than 0,1 % to three significant figures.

15.2 Concentrations between 0,005–0,1 % barium and 0,002–0,1 % zinc, calcium, and magnesium are reported to two significant figures.

15.3 Concentrations less than the lower limits in 15.2 shall be reported as less than the appropriate lower limit.

**16 Quality control**

16.1 Confirm the performance of the instrument or the test procedure by analyzing a quality control (QC) sample (see 6.7).

16.1.1 When QC/Quality Assurance (QA) protocols are already established in the



data ini dapat digunakan jika memang sesuai dengan kehandalan hasil pengujian

testing facility, these may be used when they confirm the reliability of the test result.

16.1.2 Jika tidak terdapat aturan kendali mutu / jaminan mutu yang sudah ditetapkan pada fasilitas uji, Lampiran X1 dapat digunakan sebagai sistem aturan kendali mutu / jaminan mutu.

16.1.2 When there is no QC/QA protocol established in the testing facility, Appendix X1 can be used as the QC/QA system.

**Tabel 1 - Repeatability**  
**Table 1 - Repeatability**

Element	Range, Mass %	Repeatability
Barium	0.005–1.0	0.0478x%
Calcium	0.002–0.3	0.0227x%
Magnesium	0.002–0.3	0.0168x%
Zinc	0.002–0.2	0.0247x%
Calcium	1.7	0.032
Zinc	1.0	0.025

**Tabel 2 - Reproducibility**  
**Table 2 - Reproducibility**

Element	Range, Mass %	Reproducibility
Barium	0.005–1.0	0.182x%
Calcium	0.002–0.3	0.0779x%
Magnesium	0.002–0.3	0.0705x%
Zinc	0.002–0.2	0.0537x%
Calcium	1.7	0.090
Zinc	1.0	0.048

**Tabel 3 – Repeatability dan Reproducibility**  
**Table 3 - Repeatability and Reproducibility**

Mass % (x)	Repeatability	Reproducibility
Barium	0.0487x%	0.182 x%
0.01	0.002	0.008
0.05	0.007	0.025
0.10	0.011	0.039
0.50	0.031	0.115
1.0	0.049	0.182
Calcium	0.0227x%	0.0779x%
0.002	0.0004	0.0012
0.01	0.001	0.004
0.05	0.003	0.011
0.3	0.010	0.035
Magnesium	0.0168x%	0.0705x%
0.002	0.0003	0.011
0.01	0.001	0.003
0.05	0.002	0.009
0.3	0.008	0.032
Zinc	0.0247x%	0.0537x%
0.002	0.0004	0.0009
0.01	0.001	0.002
0.05	0.003	0.007
0.20	0.008	0.018



## 17 Presisi dan bias<sup>4</sup>

17.1 Presisi dari metode uji ini ditentukan dengan uji statistik dari hasil-hasil antar laboratorium sebagai berikut:

17.1.1 *Repeatability* — Perbedaan antara dua hasil uji yang diperoleh dari operator yang sama, dengan peralatan yang sama, pada kondisi operasi yang tetap dengan material uji yang sama dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi yang normal dan benar dari metode uji, yang melebihi nilai pada Tabel 1 satu dalam dua puluh kasus.

17.1.2 *Reproducibility* — Perbedaan antara dua hasil uji tunggal dan independen, yang diperoleh dari operator yang berbeda, bekerja dalam laboratorium yang berbeda, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak dalam operasi normal dan benar dari metode uji, yang melebihi nilai pada Tabel 2 hanya satu dalam dua puluh kasus.

**CATATAN 11** Nilai presisi perkiraan untuk beberapa nilai  $x$  ditampilkan pada Tabel 3.

**CATATAN 12** Data presisi pada Pasal 17 diperoleh dengan menggunakan sampel yang mengandung konsentrasi logam lebih tinggi dan mungkin tidak mewakili presisi pada konsentrasi sekitar 10 ppm.

### 17.2 Bias:

17.2.1 Tidak ada pernyataan tentang bias dapat ditulis, karena ketiadaan bahan acuan yang sesuai dengan komposisi yang telah diketahui

## 17 Precision and bias<sup>4</sup>

17.1 The precision of this test method as determined by statistical examination of interlaboratory results is as follows:

17.1.1 *Repeatability*—The difference between the two test results, obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material, would, in the long run, in the normal and correct operation of this test method, exceed the values in Table 1 only in one case in twenty.

17.1.2 *Reproducibility*—The difference between two single and independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical test materials would, in the long run, in the normal and correct operation of this test method, exceed the values in Table 2 only in one case in twenty.

**NOTE 11** The values of these precision estimates for selected values of  $x$  are set out in Table 3.

**NOTE 12** The precision data in Section 17 was obtained by using samples containing higher concentration levels of metals and may not be representative of the precision at about 10 ppm concentration levels.

### 17.2 Bias:

17.2.1 No bias statement can be written because of the lack of suitable reference materials of known composition.

<sup>4</sup> Data pendukung telah diarsipkan pada Kantor Pusat ASTM Internasional dan dapat diperoleh melalui permintaan Laporan Penelitian RR: RR:D02-1207.

<sup>4</sup> Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR:D02-1207.



17.2.2 Adanya *viscosity index improvers* tertentu dapat mengakibatkan bias negatif pada satu atau lebih elemen. Pada penelitian antar laboratorium, bias ini ternyata relatif lebih kecil dibanding *reproducibility* dari metode uji ini, dan bias ini diminimalkan dengan menggunakan ukuran percontoh yang lebih kecil (misalnya, percontoh berukuran 0,050 g minyak campuran) untuk minyak yang mengandung *viscosity index improvers*.

17.2.2 The presence of certain viscosity index improvers can cause a negative bias for one or more elements. In interlaboratory studies, this bias was found to be small relative to the reproducibility of this test method, and the bias was minimized by using smaller sample sizes (for example, a sample size of 0,050 g of a blended oil) for oils that contain viscosity index improvers.

## 18 Kata kunci

18.1 elemen aditif; spektrometri serapan atom; barium; kalsium; minyak lumas; magnesium; seng

## 18 Keywords

18.1 additive elements; atomic absorption spectrometry; barium; calcium; lubricating oils; magnesium; zinc







**Lampiran**  
(informatif)

**X1. Pemantauan *quality control***

X1.1 Pastikan kinerja peralatan atau prosedur uji dengan menganalisis sampel kendali mutu (QC).

X1.2 Sebelum memantau proses pengukuran, pemakai metode ini harus menentukan nilai rata-rata dan limit kendali sampel kendali mutu (QC) tersebut (lihat Prosedur D 6299).<sup>5</sup>

X1.3 Catat hasil kendali mutu dan analisa menggunakan *control charts* atau teknik statistik yang setara untuk memastikan status kendali secara statistik dari proses pengujian seluruhnya (lihat Prosedur D 6299).<sup>5</sup> Selidiki keberadaan data *out-of-control* untuk mencari penyebab mendasar. Hasil dari penyelidikan ini mungkin, tapi tidak selalu, menghasilkan perlunya kalibrasi ulang peralatan

**CATATAN X1.1** — Tidak adanya permintaan secara eksplisit dalam metoda uji, pasal ini memberikan panduan frekuensi pengujian QC.

X1.4 Frekuensi pengujian kendali mutu tergantung pada tingkat kritisnya kualitas yang sedang diukur, stabilitas yang ditunjukkan dari proses pengujian, dan keperluan pelanggan. Secara umum, sampel QC harus dianalisa setiap hari pengujian sama dengan sampel rutin. Frekuensi pengujian sampel QC harus ditingkatkan jika jumlah sampel semakin banyak yang dianalisis secara rutin. Akan tetapi, jika ternyata pengujian masih berada di bawah kendali statistik, frekuensi pengujian QC dapat diperkecil. Presisi pengujian sampel QC harus diperiksa secara berkala dibandingkan dengan presisi metode ASTM untuk memastikan kualitas data (lihat Prosedur D 6299).<sup>5</sup>

<sup>5</sup> ASTM MNL 7: *Manual on Presentation of Data Control Chart Analysis*, 6<sup>th</sup> Ed., ASTM International, W. Conshohocken, PA, Section 3.

**Appendix**

(Nonmandatory Information)

**X1. Quality control monitoring**

X1.1 Confirm the performance of the instrument or the test procedure by analyzing quality control (QC) sample(s).

X1.2 Prior to monitoring the measurement process, the user of the method needs to determine the average value and control limits of the QC sample (see Practice D 6299).<sup>5</sup>

X1.3 Record the QC results and analyze by control charts or other statistically equivalent techniques to ascertain the statistical control status of the total testing process (see Practice D 6299).<sup>5</sup> Investigate any out-of-control data for root cause(s). The results of this investigation may, but not necessarily, result in instrument re-calibration.

**NOTE X1.1**—In the absence of explicit requirements given in the test method, this clause provides guidance on QC testing frequency.

X1.4 The frequency of QC testing is dependent on the criticality of the quality being measured, the demonstrated stability of the testing process, and customer requirements. Generally, a QC sample should be analyzed each testing day with routine samples. The QC frequency should be increased if a large number of samples are routinely analyzed. However, when it is demonstrated that the testing is under statistical control, the QC testing frequency may be reduced. The QC sample testing precision should be periodically checked against the ASTM method precision to ensure data quality (see Practice D 6299).<sup>5</sup>

<sup>5</sup> ASTM MNL 7: *Manual on Presentation of Data Control Chart Analysis*, 6<sup>th</sup> Ed., ASTM International, W. Conshohocken, PA, Section 3.



X1.5 Dianjurkan agar, jika memungkinkan, jenis sampel kendali mutu yang diuji secara rutin telah mewakili bahan yang secara rutin dianalisa. Stok sampel kendali mutu (QC) harus tersedia untuk periode penggunaan tertentu, dan harus homogen serta stabil pada kondisi penyimpanan yang terkendali.

X1.5 It is recommended that, if possible, the type of QC sample that is regularly tested be representative of the material routinely analyzed. An ample supply of QC sample material should be available for the intended period of use, and must be homogeneous and stable under the anticipated storage conditions.

X1.6 Lihat catatan kaki 4 dan CATATAN X1.1 untuk petunjuk lebih jauh tentang kendali mutu (QC) dan teknik pembuatan *Control Chart*.

X1.6 See Footnotes 4 and Note X1.1 for further guidance on QC and Control Charting techniques.





**Lampiran**  
(informatif)

**X2. Beberapa kiat untuk melakukan pengujian dengan metode D 4628**

X2.1 Banyak minyak lumas yang mengandung *VI improver* dan mungkin dapat memberikan hasil analisa yang rendah apabila kalibrasi dilakukan dengan menggunakan standar kalibrasi yang tidak mengandung *VI improver*.

X2.1.1 Efek *VI improver* dapat dihilangkan dengan faktor pengenceran sampel yang sangat tinggi atau dengan menambahkan *VI improver* yang sama ke dalam standar kalibrasi. Pendekatan yang kedua biasanya tidak praktis karena untuk sampel yang tidak diketahui, laboratorium tidak akan tahu jenis atau konsentrasi dari *VI improver*, jika ada.

X2.2 Lakukan standardisasi setiap kali alat dinyalakan. Lakukan kalibrasi sebelum tiap kelompok sampel dianalisa dan setiap ada perubahan kondisi alat, karena terjadi variasi sifat alat. Pembacaan dapat juga bervariasi dalam periode waktu yang singkat disebabkan oleh penumpukan deposit pada *burner slot* atau *nebulizer*.

X2.3 Selama serangkaian pengujian sampel standar tunggal sesekali harus diaspirasikan untuk memeriksa apabila kalibrasi telah berubah. Pengecekan setelah setiap sampel kelima sangat dianjurkan.

X2.4 Tampilan visual nyala api berguna untuk mengetahui perubahan kondisi.

X2.5 Larutan standar kalibrasi konsentrasi rendah harus disiapkan setiap hari dari larutan stok konsentrasi tinggi (misalnya, 500 atau 1 000 mg / kg).

X2.6 Selalu lakukan pengukuran blanko dengan semua pelarut dan pereaksi lainnya yang ditambahkan ke dalam larutan standar dan sampel.

**Appendix**

(Nonmandatory Information)

**X2. Helpful hints for operation of the test method D 4628 test**

X2.1 Many lubricating oils contain viscosity index (VI) improvers and may give low results when calibrations are performed using calibration standards that do not contain the VI improvers.

X2.1.1 The VI improvers effect may be eliminated by using either a very large sample dilution or by adding the same vi improver to the calibration standards. The latter approach would usually be impractical, since for unknown samples, the laboratory would not know the type or the concentration of the viscosity index improver present, if any.

X2.2 Standardize the instrument each time the flame is ignited. Carry out calibration prior to each group of samples to be analyzed and after any change in instrumental conditions, as variation occurs in the instrument behavior. Readings may also vary over short period of times from such causes as buildup of deposits on the burner slot or in the nebulizer.

X2.3 A single standard should be aspirated from time to time during a series of samples to check whether the calibration has changed. A check after every fifth sample is recommended.

X2.4 The visual appearance of the flame serves as a useful check to detect changes of condition.

X2.5 Low level working calibration standards should be prepared fresh daily from higher concentration (for example, 500 or 1 000 mg/kg) stock solutions.

X2.6 Always run a blank with all solvents and other reagents added to the standards and the samples.



X2.7 Bila mungkin, gunakan *background subtraction* untuk mendapatkan hasil yang lebih handal.

X2.7 Whenever possible, employ background subtraction to obtain more reliable results.

X2.8 Untuk menghindari masalah perambatan nyala api, tambahkan base oil bebas logam sekitar 4 cSt pada 100 °C untuk kedua sampel dan standar kalibrasi. Bisa juga menggunakan base oil netral 100. Hindari parafinik oil.

X2.8 To avoid flame transport problems, add a metal-free base oil of about 4 cSt at 100 °C to both samples and calibration standards. A 100 neutral base oil is suitable. Avoid highly parafinik oils.

X2.9 Teknik adisi standar dapat digunakan untuk sampel yang diketahui logamnya atau unsur pengganggu lainnya.

X2.9 Standard addition technique may be employed for samples known to have elemental or other interference.

X2.10 Untuk hasil terbaik, gunakan teknik *bracketing* untuk kalibrasi, berupa pembacaan absorbansi untuk masing-masing larutan kalibrasi sebelum dan sesudah larutan sampel.

X2.10 For best results, use a bracketing technique for calibration. This involves taking absorbance readings for the calibration solutions before and after each of the sample solutions.

X2.11 Gunakan prosedur pencampuran dan sampling yang sesuai, terutama untuk minyak berat. Panaskan minyak berat secukupnya untuk menjadi cair, kemudian kocok kuat-kuat pada alat *shaker*.

X2.11 Employ adequate mixing and sampling procedures, especially for heavy oils. Heat heavy oils sufficiently to obtain good liquidity, and then shake vigorously on a shaking machine.

X2.12 Gunakan panjang gelombang analitik yang telah ditetapkan dalam metode pengujian untuk pengukuran, karena panjang gelombang tersebut diperoleh melalui percobaan sehingga didapatkan panjang gelombang yang optimal dan bebas dari gangguan spektral.

X2.12 Use the analytical wavelengths specified in the test method for measurements, because they have been established by experiment to be the optimum wavelengths and free from spectral interferences.

X2.13 Lepaskan dan bersihkan burner berdasarkan jadwal pemeliharaan, frekuensi dan jenis penggunaannya.

X2.13 Dissassemble and clean the burner on a maintenance schedule that is appropriate to frequency and type of use.

X2.14 Periksa tabung nebulizer setiap hari untuk memeriksa keretakan, dan lakukan penggantian jika diperlukan.

X2.14 Inspect the nebulizer tubing daily for kinks or cracks, and replace as necessary.

X2.15 Ukur laju pengkabutan nebulizer setiap hari untuk memeriksa adanya penyumbatan. Bersihkan jika angka laju pengkabutan ini tidak normal.

X2.15 Measure the nebulizer uptake rate daily to check for plugging. Clean it if the rate is not normal.

X2.16 Sehubungan dengan terjadinya pembentukan deposit pada *burner* dan *nebulizer* yang mengakibatkan penyimpangan selama penentuan logam maka lakukan penyetelan dengan mengkabutkan larutan standar sesering

X2.16 Adjust for variations due to buildup of deposits on the burner or the nebulizer during the course of determinations by frequently nebulizing the check standard.



mungkin.

X2.17 Atur laju aliran gas saat menggunakan nyala nitrogen oksida/asetilen untuk meminimalkan pembentukan karbon pada burner. Bersihkan karbon secara teratur selama analisa dengan alat yang tajam. Pembentukan karbon dapat sangat mengganggu ketika proses nebulizing larutan organik.

X2.18 Cegah kebocoran aseton dari tangki gas asetilena dengan memantau tekanan. Ganti tangki ketika tekanan mencapai 50 psi.

X2.19 Periksa kelurusan dari lampu katoda sebelum analisa, ikuti petunjuk dari produsen alat.

X2.20 Bersihkan semua peralatan, alat gelas, dll untuk mencegah kontaminasi. Rendam gelas dalam asam nitrat encer hangat (5%) selama beberapa jam, lalu bilas hingga bersih dengan air deionisasi.

X2.21 Periksa linearitas dari konsentrasi/respon absorbansi untuk masing-masing analit sesuai dengan instruksi produsen alat. Lakukan semua penetapan dalam kisaran garis linier. Siapkan larutan standar pada konsentrasi tertinggi rentang linier.

X2.22 Sesuaikan matriks larutan standar sedekat mungkin.

X2.23 Gunakan pelarut murni bebas analit. Metode uji D4628 merekomendasikan Baker "kerosine" (deodorized). Pastikan bahwa pelarut bebas dari analit.

X2.24 Tambahkan penghambat ionisasi yang sesuai untuk semua larutan (standard dan sampel), gunakan konsentrasi yang direkomendasikan sebagai panduan. Tentukan konsentrasi yang tepat dengan percobaan menggunakan petunjuk dalam metode ini. Tambahkan penghambat ionisasi dengan konsentrasi yang sama untuk semua larutan standar dan sampel, dan pertahankan konsentrasinya ketika larutan diencerkan.

X2.17 Adjust the gas flow rates when using the nitrous oxide/acetylene flame to minimize the carbon buildup on the burner. Clean off the carbon regularly during analysis with a sharp instrument. Carbon buildup can be particularly troublesome when nebulizing the organic solutions.

X2.18 Prevent leakage of acetone from the acetylene gas tank by monitoring the pressure. Replace the tank when the pressure reach 50 psi.

X2.19 Check the alignment of the hollow cathode lamps before analysis, following the manufacturers instructions.

X2.20 Clean all apparatus, glassware, etc. to prevent contamination. Soak the glassware in warm dilute (5%) nitric acid for several hours, and then rinse thoroughly with the deionized water.

X2.21 Verify the linearity of the concentrations/absorbance response for each analyte following the instrument manufacturer's instructions. Performs all determinations within this range. Prepare the standard solutions with concentrations at the top of the linear range.

X2.22 Match the matrix of standard solutions as closely as possible.

X2.23 Use pure, analyte-free solvents. Test methode D4628 recommends Baker "kerosine" (deodorized). Verify that the solvents are free of the analyte.

X2.24 Add ionization suppressant to all applicable solutions (standards and samples) using the recommended concentration as a guide. Determine the proper concentration by experiment using the instructions in this method. Add the same concentration of ionization suppressant to all standard and sample solutions, and maintain these concentrations when the solutions are diluted.



X2.25 Pertahankan agar semua absorbansi berada di dalam rentang linear dan kurva kalibrasi. Jika perlu, encerkan larutan sampel secara gravimetri.

X2.25 Keep all absorbance within the linear and calibration ranges. Dilute the sample solutions gravimetrically, if necessary.

X2.26 Karena pemeriksaan absorbansi sampel sangat cepat setelah instrumen dikalibrasi sedangkan mengubah pengaturan panjang gelombang dan lampu katoda membutuhkan waktu lebih lama, maka sangat ekonomis untuk melakukan pengukuran pada panjang gelombang tunggal pada serangkaian sampel dan standar sebelumnya mengubah kondisinya untuk pengukuran analit lainnya.

X2.26 Since checking the absorbance of a sample is very quick once the instrument is calibrated, but changing the wavelength settings and hollow cathode lamps takes longer time, it is most economical to make measurements at a single wavelength on a series of samples and standards before changing conditions for a different analyte measurement.

